

基于微束 X 射线荧光光谱的新型铸 & 锻 GH4096 合金 涡轮盘成分分布解析

彭 涯^{1,2}, 李冬玲^{2,3*}, 万卫浩^{1,2}, 周晴晴^{3,4},
蔡文毅^{1,2}, 李福林¹, 刘庆斌^{2,3}, 王海舟^{2,3}

1. 钢铁研究总院, 北京 100081
2. 钢研纳克检测技术股份有限公司, 北京 100081
3. 金属材料表征北京市重点实验室, 北京 100081
4. 北京科技大学, 北京 100083

摘 要 铸 & 锻 GH4096 高温合金涡轮盘拥有高耐高温能力、高强度、低裂纹扩展速率、高抗疲劳性能等优异性能, 是航空发动机的关键热端部件。但由于其合金化程度较高、零件尺寸大、制备工艺复杂等, 不可避免会出现成分和组织分布不均匀, 一定程度影响涡轮盘的服役性能。微区 X 射线荧光光谱(μ -XRF)具有微区分辨率高、分析速度快、多元素同步分析、非破坏性等优点, 被广泛应用于考古、地质、生物等领域, 但对大尺寸高温合金构件的成分分布的研究较少, 对于材料各原始位置处的成分定量分布表征也未见报道。本试验通过选择合适的测量条件、优化仪器定量方法, 建立了基于微束 X 射线荧光光谱的新型铸 & 锻 GH4096 合金涡轮盘成分分布定量分析方法, 并引入了原位统计分析方法对涡轮盘中 Cr, Co, Mo, W, Ti, Al, Nb 和 Ni 八种主要元素进行了定量统计分布解析。发现涡轮盘厚度的中心区域内 Co, Mo 和 Ti 三种元素从轮毂至轮缘存在较明显的弧形负偏析带, 而 Ni 和 Cr 两种元素存在弧形正偏析带。另外, 涡轮盘径向也存在一定的成分梯度分布, Co, Cr 和 W 三种元素含量从轮毂到轮缘的呈现逐渐降低的趋势, 而 Mo, Ti 和 Nb 三种元素含量则呈现逐渐上升趋势。对各元素最大偏析度、统计偏析度、统计符合度计算分析后可知, Cr, Co, Mo, W, Ti, Nb 和 Ni 七种元素测量区域内整体偏析程度较小、统计符合度大, 在材料元素设计值允许范围内具有较好的成分均匀性。使用火花源金属原位分析仪(OPA-200)对相同测试区域的元素进行了线分布分析, 其分析结果与微束荧光光谱得到的分析规律具有较好的一致性, 说明大尺寸涡轮盘在热处理过程中存在温度场分布, 导致了各元素扩散行为以及显微组织分布的差异, 因此不同部位的成分也存在一定偏析。通过对大尺寸的涡轮盘成分进行定量统计分布解析, 对于评价新型铸 & 锻变形 GH4096 高温合金涡轮盘的成分分布均匀性, 解析制备工艺与大尺寸构件成分、组织结构分布的相关性具有重要意义。

关键词 微束 X 射线荧光光谱; 涡轮盘; 原位统计分布分析; 偏析; 统计符合度

中图分类号: O657.3 **文献标识码:** A **DOI:** 10.3964/j.issn.1000-0593(2021)11-3498-08

引 言

随着我国航空工业的不断发展, 航空发动机推重比(推力/重力)也在逐步提高, 对于发动机涡轮盘的选材、制备工艺、材料性能也提出了更加苛刻的要求^[1]。采用电渣重熔连续定向凝固(ESR-CDS)和 3D 整体锻造、模锻相结合的工艺

路线, 制备的铸 & 锻 GH4096 高温合金涡轮盘具有高纯净、高使用温度、高强度、低裂纹扩展速率、高抗疲劳性能等优异性能, 满足航空发动机的使用要求, 保证航空发动机的安全可靠^[2-3]。由于材料合金化程度更高、涡轮盘尺寸大, 制备工艺复杂, 不同位置区域在热处理或变形过程中存在着温度场或应变不均匀等问题, 可能会产生显微成分偏析和显微组织的不均匀性, 造成涡轮盘从轮毂到轮缘、上表面到下表

收稿日期: 2020-10-21, 修订日期: 2021-03-11

基金项目: 国家重点研发计划材料基因工程关键技术与支撑平台重点专项(2017YFF0106208)资助

作者简介: 彭 涯, 1996 年生, 钢铁研究总院硕士研究生 e-mail: 13241807885@163.com

* 通讯作者 e-mail: lidongling@ncschina.com

面不同位置处性能的波动,对涡轮盘的服役性能带来一定程度的影响^[4-5]。所以建立一种大尺寸新型铸 & 锻 GH4096 高温合金涡轮盘的高通量、跨尺度的成分分布分析方法,将有利于我们掌握涡轮盘不同区域各元素分布情况,为建立工艺、成分和组织分布的相关性和优化涡轮盘制备工艺流程提供了有效依据。

在现有成分分布定量表征研究中,电子探针显微分析技术、扫描电镜与能谱仪结合的方法都可得到材料微区的颗粒边界形貌以及成分分布,但由于可测量视场有限,所得结果无法代表大尺寸构件的成分分布^[6-8];激光诱导击穿光谱法(LIBS)可较好地得到块体材料较大区域内成分分布信息,但存在边缘烧蚀效应、空间分辨率相对较低等缺点^[9-10];火花源原子发射光谱原位统计分布分析技术(OPA)可以完成大尺寸范围块体金属的成分状态分布分析,但存在激发斑点较大、对材料存在损害的问题,不利于保护样品且无法对同一位置重复测量^[11-12]。随着 X 射线分析技术的不断发展,将 X 射线源与聚焦毛细管透镜相结合的微束 X 射线荧光光谱(μ -XRF)开始进入成分分布表征领域。该技术具有微区分辨率高、分析速度快、多元素同步分析且无损等优势,目前被广泛应用于考古、生物、地质等研究领域^[13],但由于 X 射线荧光光谱在复杂高温合金体系存在着谱峰重叠、基体效应干扰严重等问题,所以针对大尺寸高温合金体系的成分分布表征研究较少。

本文建立了基于微束 X 射线荧光光谱的新型铸 & 锻 GH4096 合金涡轮盘成分分布分析方法,并参照金属原位通则国家标准 GB/T 24213—2009 对涡轮盘中 Cr, Co, Mo, W, Ti, Al, Nb 和 Ni 八种主量元素进行了原位统计分析分布解析,获得了涡轮盘径向及厚度方向的成分分布规律。

1 实验部分

1.1 样品

实验样品为通过电渣重溶连续定向凝固+3D 整体锻造+模锻工艺制备的大尺寸镍基变形 GH4096 合金涡轮盘[如图 1(a)所示]。为探究铸 & 锻工艺中涡轮盘从轮毂到轮缘的成分分布变化情况,沿涡轮盘径向上取一块厚度约 15 mm 的切片[图 1(b)],将表面抛光成镜面,酒精擦拭干净,待测[切片测量区域如图 1(b)所示]。

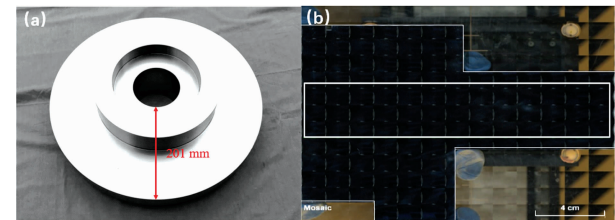


图 1 涡轮盘形貌图
(a): 完整涡轮盘; (b): 涡轮盘切片以及测量区域

Fig. 1 Morphology of turbine disk

(a): Intact turbine disk; (b): Turbine disk slicing and measuring area

1.2 仪器及条件

实验采用 Bruker Nano GmbH 生产的高性能微束 X 射线荧光光谱仪(M4 TORNADO)对大尺寸镍基铸 & 锻 GH4096 合金涡轮盘切片进行元素定量及分布表征。其仪器结构如图 2 所示,其中 X 光管采用靶材为铑靶, X 射线束斑尺寸为 20 μ m;探测器为硅漂移探测器,有效面积为 30 mm²;并采用多导毛细管透镜实现了 X 射线光源的聚焦,极大的提高了谱线强度峰背比,增大了分辨率。测量条件为: X 射线光管电压为 50 kV;电流为 150 μ A;样品面扫描时束斑扫描间距为 70 μ m;每像素采集时间为 60 ms,仪器所用真空度为 20.0 mba;样品扫描区域位于涡轮盘中心区域且面积为 175 mm \times 34 mm;并采用钢研纳克检测技术股份有限公司研制的金属原位分析仪(OPA-200)对同区域多列定点分析,对微束荧光光谱仪所得到的数据进行了验证。

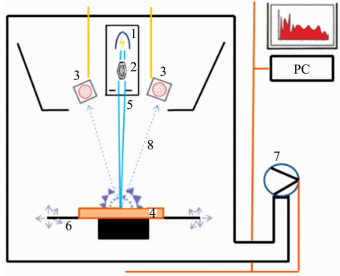


图 2 微区 X 射线荧光光谱仪的结构示意图

1: 铑光源; 2: 多毛细管光学元件; 3: 硅漂移探测器; 4: 样品;
5: 聚焦入射 X 射线束; 6: 样品台; 7: 真空泵; 8: 输出荧光

Fig. 2 Schematic overview of the M4 Tornado μ -XRF spectrometer

1: The Rh X-Ray source; 2: Poly-capillary optics; 3: Silicon Drift Detectors; 4: The sample; 5: Focused incident X-Ray beam; 6: Sample stage; 7: Vacuum pump; 8: The outgoing fluorescence

2 结果与讨论

2.1 微束 X 射线荧光光谱面扫描条件的选择

采用微束 X 射线荧光光谱仪对大尺寸样品进行面扫描时,为了保证定量结果的可靠性,需要对仪器的采集参数进行优化,获得各元素较高的峰背比。本试验考察了不同的管电压和管电流对各元素峰背比的影响规律。扫描区域为样品中部的 2 mm \times 2 mm 区域,不同电压或电流测量条件的峰背比结果如图 3 所示。可知在一定范围内, Cr, Co, Mo, W, Ti, Nb 和 Ni 元素的峰背比随着电压的升高逐渐增大,随着电流的升高峰背比先增大后减小, Al 元素峰背比随电压升高而降低,是因为高电压下不利于轻元素的测量,综合考虑对所有元素最佳测量结果,当 X 射线光管电压为 50 kV、电流为 150 μ A 时各元素测量效果较好。最终测量条件为 X 射线光管电压为 50 kV;电流为 150 μ A;样品面扫描时束斑扫描间距为 70 μ m;每像素采集时间为 60 ms,仪器所用真空度为 20.0 mba。

2.2 微束 X 射线荧光光谱定量方法的优化

在使用微束 X 射线荧光光谱对大尺寸铸 & 锻 GH4096

复杂高温合金体系进行测量时，由于存在着多种高含量合金元素，会存在较为复杂的干扰效应如背景噪声干扰、谱峰重叠与元素吸收增强效应（基体效应）等。对涡轮盘剖面进行面扫描后得到的荧光光谱图如图 4 所示。

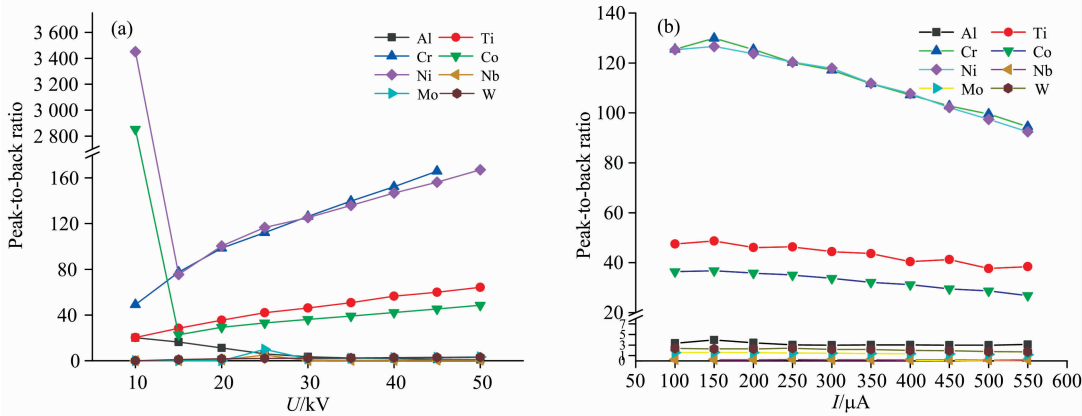


图 3 X 射线光管不同测量电压和电流下峰背比
Fig. 3 Peak-to-back ratio under different measured voltages and currents of X-ray tubes

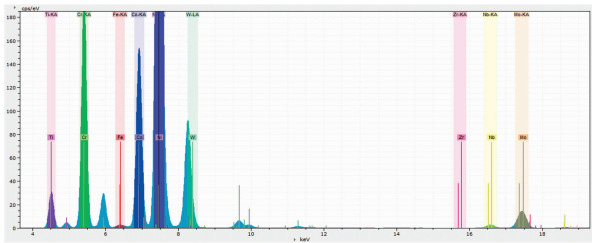


图 4 大尺寸铸 & 锻 GH4096 切片面扫后 X 射线荧光光谱图
Fig. 4 X-ray fluorescence spectrum of large-size casting-forging GH4096 after side scanning

由谱图可知 Ni 元素的 $K_{\beta 1}$ 线系能量值为 8.265 keV，与 W 元素能量值为 8.398 keV 的定量分析线系 $L_{\alpha 1}$ 十分接近，存在明显的谱峰重叠干扰。同时当样品中受激元素分析谱线的能量大于某一共存元素的谱线激发能时，该共存元素也会强烈吸收分析谱线得到额外激发，在复杂元素体系中此类元

素吸收或增强效应干扰也是无法避免的。本实验为解决元素定量中的谱线干扰，采用了影响因子系数校准法，采用多块与涡轮盘组成元素接近的高温合金块状光谱标准样品（表 1）在同等测量条件下进行面扫描分析，测定区域为 2 mm × 2 mm。

表 1 高温合金光谱参考物质的化学成分(ω/%)

Table 1 Chemical composition of super alloy spectral reference materials (ω/%)

No.	Cr	Co	Mo	W	Ti	Al	Nb	Fe	Ni
IMZ180	7.98	9.95	5.93	0.05	1.02	6	0.025	0.073	Bal.
IMZ182	8.63	13.52	3.1	0	4.69	5.69	0	0.04	Bal.
IMZ202	8.39	10.02	0.63	10.04	1.01	5.67	0.028	0.024	Bal.
IN718	19.14	0.145	3.04	0.021	0.938	0.554	5.31	17.2	Bal.
IN939	22.12	18.66	0.008	2.01	3.46	1.9	1.05	0.038	Bal.
BS718D	18.23	0.368	3	0.049	0.93	0.631	5.16	18.51	Bal.
IARM 277A/G	14.35	14.5	4.22	0.047	3.4	4.38	0.034	0.16	Bal.
IARM 325A/G	18.52	10.46	9.98	0.03	3.16	1.56	0.007	0.07	Bal.

由仪器定量结果与化学成分分析结果的相关性曲线结果可知，Cr、Co 和 Mo 的拟合曲线的斜率接近于 1，与化学值的偏差不超过 5%。W 和 Ti 的斜率略高，但偏差也没有超过 10%，这些元素的拟合曲线的斜率可以作为校正因子对仪器定量方法进行校准。而 Al 和 Nb 的拟合曲线斜率值与 1 存在较大偏差，这主要是由于 Al 元素原子序数较小，产生的 X

射线荧光强度较低，而涡轮盘中 Nb 的含量也较低，所选的光谱标准参考物质含量梯度不合适所致，因此选择了一个已知准确化学成分且分布均匀的 GH4069 合金块状样品作为类型控制样品，对其定量方法进行了进一步修正，最终测定的扫描面的总体平均含量与化学法测定的结果如表 2 所示。可知使用优化后的定量方法测得值与化学法定量值基本一致，

无较大偏差,证明了此方法的准确性、可靠性。

2.3 涡轮盘纵剖面各元素成分定量统计分析结果

对大尺寸镍基变形 GH4096 合金涡轮盘切片从轮毂到轮缘的 175 mm×34 mm 面积区域进行面扫描分析,并采用优化后的定量方法对各元素进行定量分析,成分分布图如图 5 所示。结果表明,涡轮盘从轮毂到轮缘的部分元素的含量分

布情况存在着一定程度的差异,其中 Co, Cr, Mo, Ni 和 Ti 元素在涡轮盘切片厚度中心区域存在弧状偏析带,且偏析带位置比较接近,Co, Mo 和 Ti 在偏析带上含量较低, Ni 和 Cr 在偏析带的含量较高,而 W, Nb 和 Al 三种元素未发现明显偏析带。

表 2 GH4096 涡轮盘的化学法测定结果与微区 X 射线荧光光谱测定结果(ω%)

Method	Cr	Co	Mo	W	Ti	Al	Nb	Ni
校正因子	1.046	1.006	0.966	1.052	1.075	1.331	0.7677	1.094
μ-XRF	15.79	13.17	4.00	3.96	3.70	2.20	0.71	56.06
ICP-AES	15.69	13.17	4.01	3.98	3.85	2.21	0.71	56.15

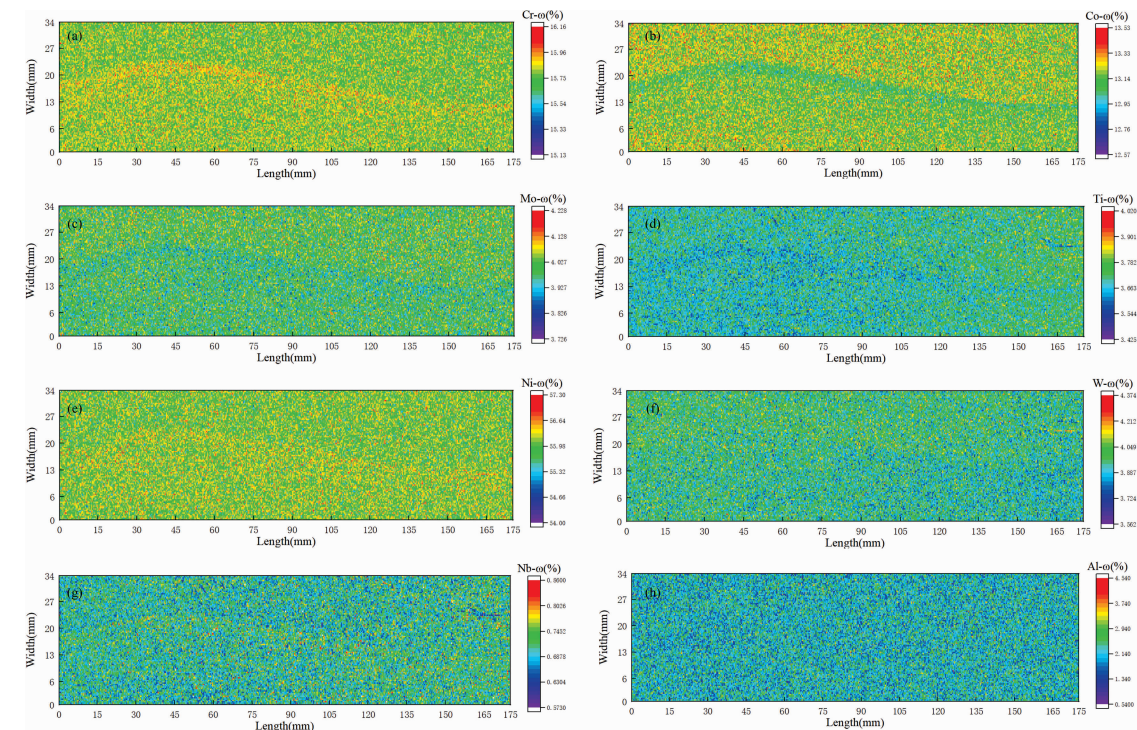


图 5 涡轮盘各元素百分含量二维分布图

(a): Cr; (b): Co; (c): Mo; (d): Ti; (e): Ni; (f): W; (g): Nb; (h): Al

Fig. 5 Two-dimensional distribution map of the percentage content of each element in turbine disk

(a): Cr; (b): Co; (c): Mo; (d): Ti; (e): Ni; (f): W; (g): Nb; (h): Al

参照金属原位通则国家标准 GB/T 24213—2009 中对面分布得到的各元素不同位置处的含量数据进行了定量统计分析,其中每个数据点代表 1 mm×1 mm 微区的元素平均含量,最终获得了 5 312 个微区的元素平均含量,并绘制了元素含量频数分布图(图 6),获得了整个扫描区域内各元素的最大偏析度、统计偏析度、在材料成分设计允许范围内的统计符合度等定量统计参数,结果如表 3 所示。其中统计偏析度是指该元素 95%置信度下,以含量中位值为中心的置信区间 $[c_1, c_2]$ 的统计偏析度 S,其计算公式见式(1),当统计偏析度越大偏析越严重,统计偏析度为 0 时则无偏析。由图 7 可知涡轮盘中大部分元素的含量分布均呈现良好的正

态分布,但 Co 元素谱图在左侧出现了一些拖尾,导致了其分布图形的不对称,这是由于 Co 元素在分析区域存在的一些负偏析点造成的。一些高含量元素 Ni, Cr 和 Co 的统计偏析度均小于 1%, Mo, W 和 Ti 的统计偏析度也没有超过 2%,说明涡轮盘整体元素分布均匀性较好,虽然部分元素在厚度中心区域存在一些偏析带,但这些偏析带是一个狭长的窄偏析带,对全区域元素含量统计分布结果影响不大。从各元素含量的最大和最小值数据可以看出,除了 Al 之外,所有含量数据均在涡轮盘成分设计的允许范围之内,其统计符合度均为 100%。Al 元素的含量波动主要是由荧光光谱本身的一些局限性造成的,由于其原子序数低,荧光产额低,

在面扫描分析是获得的荧光净强度低，因此信号波动较大，但通过扩大每个数据点的覆盖区域，获得更高的累计信号强度后，Al 的含量波动会有所减小。当统计的每个数据点区域尺寸增大至 5 mm 时，全区域内 Al 含量的最小值变为 2.04%，最大值变为 2.29%，同样位于涡轮盘成分设计的允

许范围之内，说明该涡轮盘整体的元素含量分布均符合设计要求。

$$S = (c_1 - c_2) / 2c_0 \tag{1}$$

式中： C_0 为含量中位值； C_1 和 C_2 为含量置信区间的上下限。

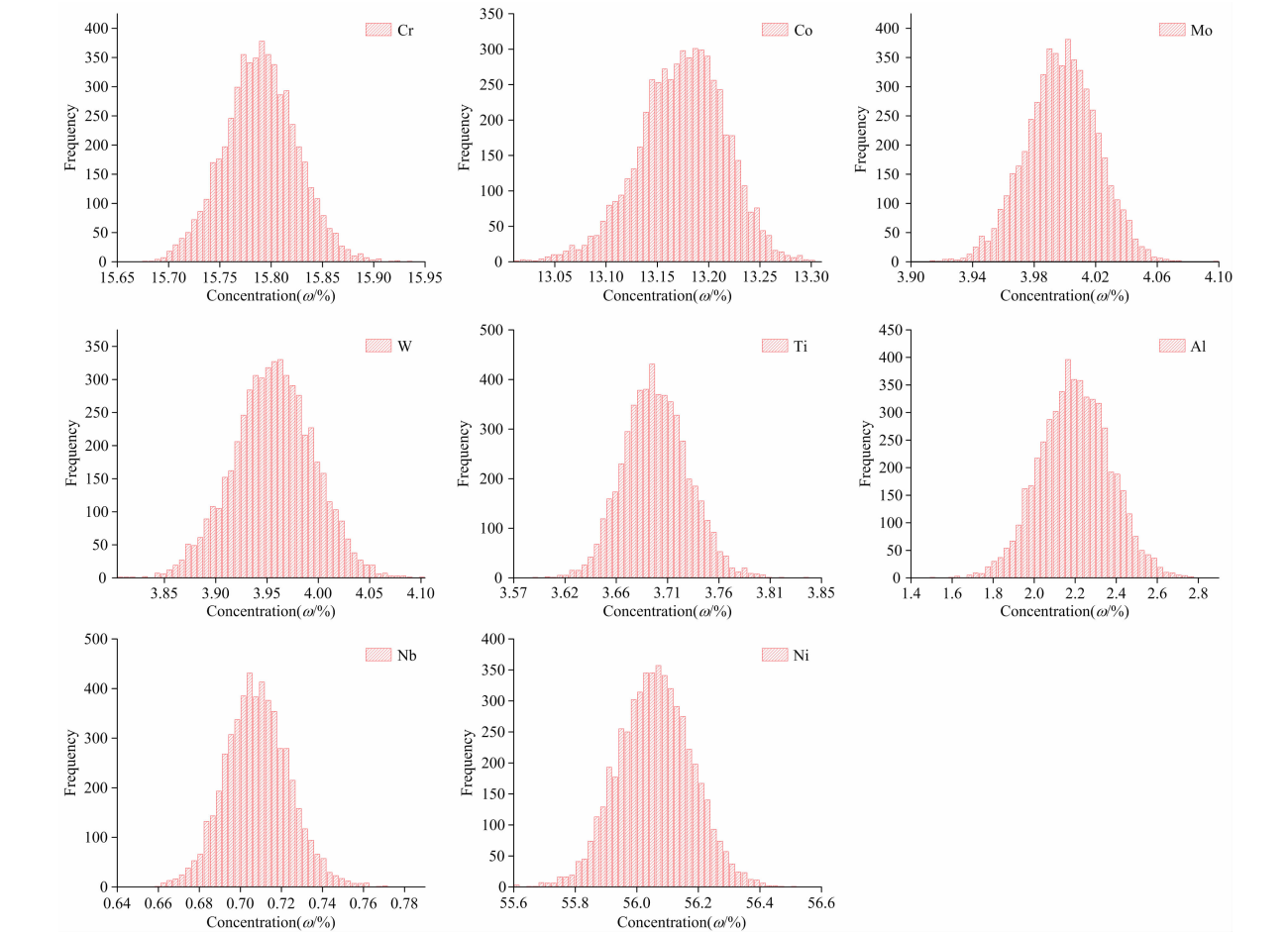


图 6 涡轮盘各元素不同百分含量频数分布直方图

Fig. 6 Histogram of frequency distribution of different percentages of major elements in turbine disk

表 3 镍基 GH4096 涡轮盘各元素面分布原位统计结果

指标	元素							
	Cr	Co	Mo	W	Ti	Al	Nb	Ni
元素设计值允许范围/(ω%)	15.00~16.50	12.50~13.50	3.80~4.20	3.80~4.20	3.50~3.90	2.00~2.40	0.60~1.00	Bal.
最小值/%	15.679	13.015	3.913	3.808	3.588	1.512	0.658	55.600
最大值/%	15.937	13.302	4.097	4.100	3.840	2.767	0.772	56.507
平均值/%	15.790	13.174	3.998	3.956	3.700	2.198	0.708	56.060
最大偏析度/%	1.009	1.010	1.025	1.036	1.038	1.259	1.090	1.008
统计偏析度/%	0.450	0.640	1.161	1.984	1.634	15.596	4.447	0.429
统计符合度/%	100	100	100	100	100	75.38	100	Bal

2.4 涡轮盘纵剖面不同区域各元素含量分布规律

为进一步探究涡轮盘扫描区域厚度方向的各元素含量变化规律，分别取如图 7 所示 X 方向坐标为 44，88 和 132 mm 附近的数据阵列进行了统计解析，从上至下将数据阵列分割

成若干个 30×15 的小数据点阵，其中每个点阵代表 2 mm×1 mm 微区含量，求取每个数据点阵的各元素的平均含量，并绘制厚度方向每隔 1 mm 间距的元素含量的线分布图，三个厚度方向的线分布图如图 7 所示。可知，三条线在距上表

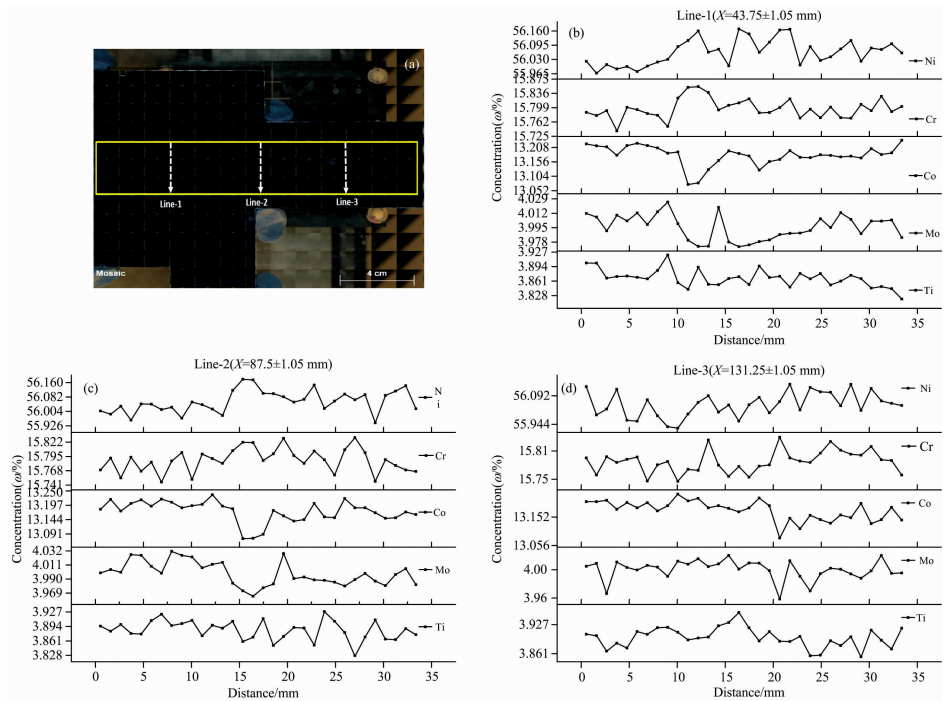


图 7 涡轮盘厚度方向各元素含量线分布图

(a): 分析区域图; (b): Line-1; (c): Line-2; (d): Line-3

Fig. 7 Content variation diagram of three longitudinal lines of major elements in turbine disk

(a): Analysis location; (b): Line-1; (c): Line-2; (d): Line-3

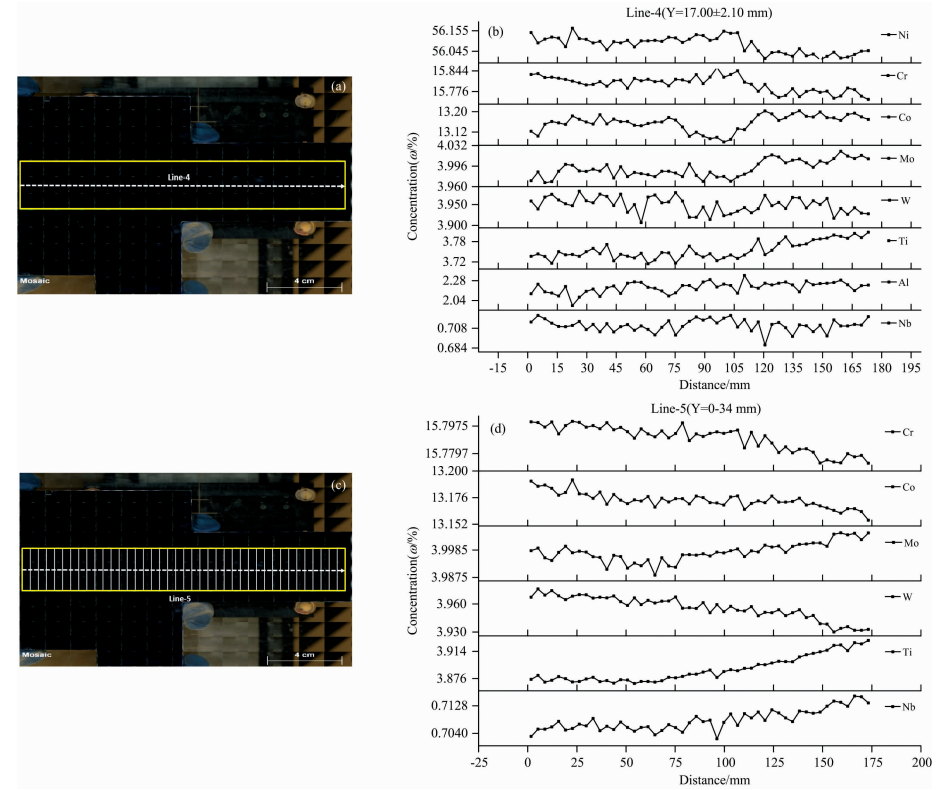


图 8 涡轮盘径向各元素含量线分布图

(a): Line-4 分析位置图; (b): Line-4; (c): Line-5 分析位置图; (d): Line-5

Fig. 8 Variation diagram of radial linear distribution of major elements in turbine disk

(a): Line-4 analysis location map; (b): Line-4; (c): Line-5 analysis location map; (d): Line-5

面约 10~12, 15~17 和 20~21 mm 处 Co 和 Mo 有明显含量降低的趋势, 而 Ni 和 Cr 则呈现含量增高的趋势。Ti 的低含量点的出现位置略有偏移。这一分布趋势也与元素含量二维分布图的结果一致, 说明了这五种元素偏析带客观存在。

为探究元素横向变化情况, 对 Y 方向坐标为 18 mm 附近的数据阵列进行统计解析, 从左至右将数据阵列分割成若干个 50×30 的数据点阵, 其中每个点阵代表 $3.50 \text{ mm} \times 2.10 \text{ mm}$ 微区的含量, 求取每个小微区的元素平均含量, 并绘制从轮毂至轮缘方向的元素含量线分布图, 如图 8(b) 所示, 可知在距左侧约 103 mm 处各元素含量存在较大波动, 此处二维分布图中偏析带位置重合。从轮毂至轮缘将全扫描区域平均分割为 50 个微小区域, 每个区域的宽为 3.50 mm, 统计每个小区域的元素平均含量, 并绘制从轮毂至轮缘区域的元素含量线分布图, 如图 8(d) 所示。可知涡轮盘径向也存在一定的成分梯度分布, Co, Cr 和 W 三种元素含量从轮毂到轮缘呈现逐渐降低的趋势, 而 Mo, Ti 和 Nb 三种元素含量则呈现逐渐上升趋势。这可能是由于在制备过程中, 不同元素扩散程度不同或从轮毂到轮缘横向方向上各元素的热动

力学行为梯度变化造成的。

为进一步验证偏析带的存在, 以及部分元素在一定范围内的横向整体变化趋势的可靠性, 使用金属原位分析仪 (OPA-200) 对相同区域范围进行了线分布分析, 采用的是 OPA-200 的定点分析模式, 在每一列上每隔 3 mm 进行定点测量, 并采用了相同的高温合金体系标样进行绘线定量, 其中厚度方向 (Line-6) 和径向 (Line-7) 上各元素含量分布线图如图 9 所示。可知在距测量区域上沿约 12 mm 处 Co, Cr, Mo, Ni 和 Ti 五种元素含量出现较大变化, 且元素含量变化趋势与 μ -XRF 所测元素偏析带变化趋势保持一致, 进一步验证了在测量区域内偏析带的客观存在。同时从轮毂至轮缘区域, Co, Cr 和 W 三种元素含量从轮毂到轮缘呈现逐渐降低的趋势, 而 Mo, Ti 和 Nb 三种元素含量则呈现逐渐上升趋势, 这也与 μ -XRF 法测量趋势符合性较好, 进一步验证了 μ -XRF 法测量与统计结果的准确性、可靠性。说明大尺寸涡轮盘在热处理过程中存在温度场分布, 导致了各元素扩散行为以及显微组织分布的差异, 因此不同部位的成分也存在一定偏析。

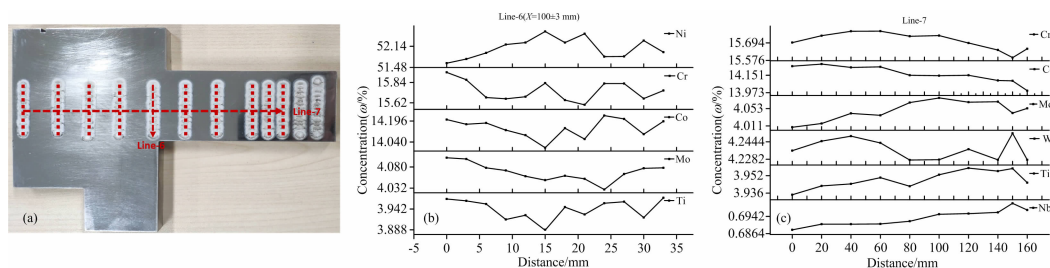


图 9 OPA-200 测得涡轮盘径向各元素含量线性图

(a): 分析区域图; (b): Line-6; (c): Line-7

Fig. 9 OPA-200 verification content change of major elements in turbine disk

(a): Analysis location; (b): Line-6; (c): Line-7

3 结 论

(1) 通过选择合适的测量条件、优化仪器定量方法, 建立了基于微束 X 射线荧光光谱的新型铸 & 锻 GH4096 合金涡轮盘成分分布定量分析方法, 并引入了原位统计分析方法对涡轮盘中 Cr, Co, Mo, W, Ti, Al, Nb 和 Ni 八种主要元素进行了定量统计分布解析。

(2) 发现涡轮盘厚度的中心区域内部分元素存在一定的偏析, 其中 Co, Mo 和 Ti 三种元素从轮毂至轮缘存在弧形负偏析带, 而 Ni 和 Cr 两种元素存在弧形正偏析带, 两个偏析

带的位置接近。另外, 涡轮盘径向也存在一定的成分梯度分布, Co, Cr 和 W 三种元素含量从轮毂到轮缘呈现逐渐降低的趋势, 而 Mo, Ti 和 Nb 三种元素含量则呈现逐渐上升趋势。

(3) 获得了整个扫描区域内各元素的最大偏析度、统计偏析度、在材料成分设计允许范围内的统计符合度等定量统计参数, 可知涡轮盘中大部分元素的含量分布均呈现良好的正态分布, 除 Al 元素外各元素的统计偏析度均小于 2%, 所有含量数据均在涡轮盘成分设计的允许范围之内, 其统计符合度均为 100%, 说明该涡轮盘整体的元素含量分布均符合设计要求。

References

- [1] TIAN Shi-fan, ZHANG Guo-qing, LI Zhou, et al. (田世藩, 张国庆, 李 周, 等). Journal of Aeronautical Materials (航空材料学报), 2003, (S1): 233.
- [2] Liu Yanhui, Ning Yongquan, Yang Xuemei, et al. Materials & Design, 2016, 95: 669.
- [3] Li Fulin, Fu Rui, Yin Fajie, et al. Materials Science & Engineering A, 2017, 696: 273.
- [4] Hou J, Dong J X, Yao Z H, et al. Materials Science & Engineering A, 2018, 724: 17.
- [5] JIANG Xiang-wei, LI Hui, LOU Lang-hong (姜祥伟, 李 辉, 楼琅洪). Foundry (铸造), 2014, 63(9): 883.

- [6] Kubo Y. IOP Conference Series; Materials Science and Engineering, 2018, 304: 012007.
- [7] Youko Miyoshi, Kazuhiko Shimada, Hiroshi Sato, et al. Geochemical Journal, 2017, 51(6): 583.
- [8] WANG Yuan-kai, LI Si-ran, MA Hong-jiao, et al(王元楷, 刘思然, 马泓蛟, 等). China Cultural Heritage Scientific Research(中国文物科学研究), 2020, (2): 50.
- [9] Pagnotta S, Lezzerini M, Campanella B, et al. Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy, 2018, 146: 9.
- [10] Jain J, Quarles C D, Moore J, et al. Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy, 2018, 150: 1.
- [11] Moncayo S, Trichard F, Busser B, et al. Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy, 2017, 133: 40.
- [12] Li D L, Wang H Z. ISIJ International, 2014, 54(1): 160.
- [13] Sudbrink B, Moradillo M K, Hu Q N, et al. Cement and Concrete Research, 2017, 92: 121.

Analysis of Composition Distribution of New Cast-Forging FGH4096 Alloy Turbine Disk Based on Microbeam X-Ray Fluorescence Spectroscopy

PENG Ya^{1, 2}, LI Dong-ling^{2, 3*}, WAN Wei-hao^{1, 2}, ZHOU Qing-qing^{3, 4}, CAI Wen-yi^{1, 2}, LI Fu-lin¹, LIU Qing-bin^{2, 3}, WANG Hai-zhou^{2, 3}

1. Central Iron & Steel Research Institute, Beijing 100081, China

2. The NCS Testing Technology Co., Ltd., Beijing 100081, China

3. Beijing Key Laboratory of Metallic Materials Characterization, Beijing 100081, China

4. University of Science & Technology Beijing, Beijing 100083, China

Abstract Cast-forging GH4096 superalloy turbine disk is a key hot end component of aero-engine because of its excellent properties such as high temperature bearing capacity, high strength, low crack growth rate, high fatigue resistance and so on. However, due to its high alloying degree, large part size and complex preparation process, it is inevitable that the composition and microstructure distribution will be uneven, which will affect the service performance of the turbine disk to a certain extent. Micro-area X-ray fluorescence spectroscopy (μ -XRF) has the advantages of high micro-resolution, fast analysis speed, simultaneous analysis of multi-elements, non-destructive and so on, so it is widely used in archaeology, geology, biology and other fields. However, there is little research on the composition distribution of large-size superalloy components, and there is no report on the quantitative distribution of composition at the original location of the material. In this experiment, by selecting suitable measuring conditions and optimizing instrument quantitative method, a new quantitative analysis method of composition distribution of cast-forging GH4096 alloy turbine disk based on microbeam X-ray fluorescence spectroscopy was established, and the in-situ statistical analysis method was introduced to analyze the quantitative statistical distribution of Cr, Co, Mo, W, Ti, Al, Nb and Ni in turbine disk. It is found that Co, Mo and Ti have obvious arc negative segregation zone from hub to flange in the central region of turbine disk thickness, while Ni and Cr have arc positive segregation zone. In addition, there is also a certain composition gradient distribution in the radial direction of the turbine disk. The contents of Co, Cr and W gradually decrease from the hub to the flange, while the contents of Mo, Ti and Nb show a gradual upward trend. After the calculation and analysis of the maximum segregation degree, statistical segregation degree and statistical fitting degree of each element, it is known that the overall segregation degree of Cr, Co, Mo, W, Ti, Nb and Ni elements in the measurement area is small, the statistical coincidence degree is large, and they have better composition uniformity within the allowable range of material element design values. The linear distribution of elements in the same test area was analyzed by spark source metal in-situ analyzer (OPA-200). The analysis results agree with those obtained by microbeam fluorescence spectra, indicating that there is temperature field distribution in large-size turbine disks during heat treatment, which leads to differences in element diffusion behavior and microstructure distribution, so there is some segregation in different parts. Through the quantitative statistical analysis of the composition distribution of the large size turbine disk, it is of great significance to evaluate the uniformity of the composition distribution of the new cast-forging deformed GH4096 superalloy turbine disk and to analyze the correlation between the preparation process and the composition and structure distribution of the significant size components.

Keywords Microbeam X-ray fluorescence spectroscopy; Turbine disk; In situ statistical distribution analysis; Segregation; Statistical coincidence

* Corresponding author

(Received Oct. 21, 2020; accepted Mar. 11, 2021)